

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini terdiri atas tahap preparasi, karakterisasi, tahap *set alat*, dan pengujian *release behavior* dan *swelling* hidrogel PVA/GA. Penelitian dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan, Jurusan Pendidikan Kimia, FPMIPA UPI, Bandung. Pada tahap *set alat*, pembuatan gelas yang digunakan pada uji *release behavior* dilakukan di Workshop FPMIPA UPI, Bandung. Analisis konsentrasi ion kalium pada tahap uji *release behavior* dilakukan dengan instrumen *flamefotometer* di Laboratorium Terpadu Badan Penelitian Tanaman dan Sayuran (Balitsa), Lembang. Tahap karakterisasi terdiri atas FTIR dan SEM. Karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Instrumen FPMIPA UPI Bandung, sedangkan analisis SEM dilakukan di Korea Selatan. Waktu penelitian dilakukan dari Bulan Januari sampai Juni 2017.

#### 3.2 Alat dan Bahan

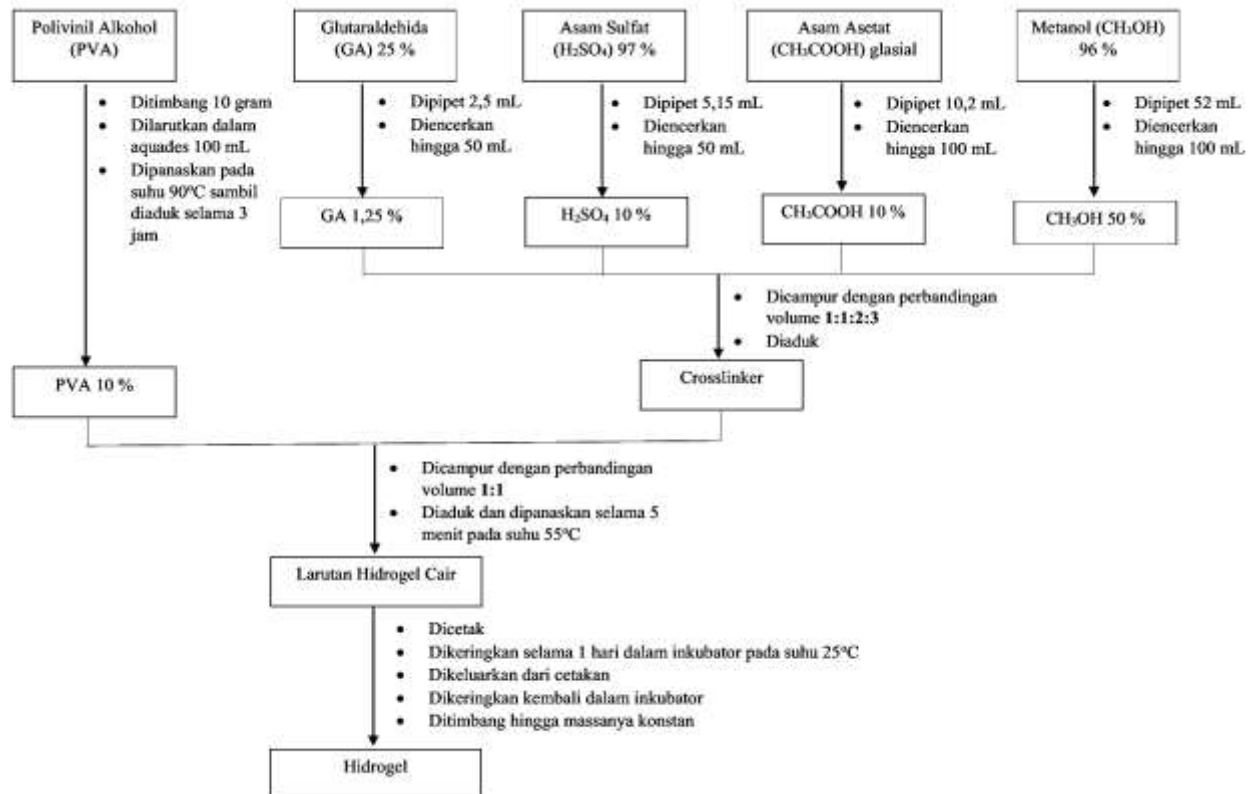
Bahan yang digunakan adalah polivinil alkohol p.a (PVA) berupa serbuk berwarna putih dengan massa molekul 60.000 gram/mol (Merck, Jerman), glutaraldehida 25% p.a (GA) berupa cairan berwarna kuning dengan  $\rho = 1,055\text{--}1065\text{ g/mL}$  (Merck, Jerman), asam sulfat 97% p.a berupa cairan tidak berwarna dengan  $\rho = 1474\text{--}1480\text{ g/mL}$  (Merck, Jerman), asam asetat glasial p.a berupa cairan berwarna kuning dengan  $\rho = 1,05\text{ kg/L}$  (Merck, Jerman), metanol 96% p.a berupa cairan tidak berwarna dengan  $\rho = 0,792\text{ kg/L}$ , aquades berupa cairan tidak berwarna, kalium klorida p.a berupa serbuk berwarna putih (Phillips Harris, Inggris), natrium hidroksida p.a berupa padatan berwarna putih (Farco Chemical), asam klorida berupa cairan tidak berwarna dengan  $\rho = 1,19\text{ kg/L}$ , dan aqua demineralisasi berupa cairan tidak berwarna (Balitsa).

Alat yang digunakan adalah alat-alat gelas yang terdiri atas gelas kimia 600 mL, gelas kimia 500 mL, gelas kimia 250 mL, gelas kimia 100 mL, gelas ukur 100 mL, gelas ukur 50 mL, gelas ukur 100 mL, labu takar 500 mL, labu takar 250 mL, labu takar 100 mL, labu takar 50 mL, pipet ukur 25mL, batang pengaduk, kaca arloji, dan cawan petri. Selain itu, digunakan cetakan hidrogel akrilik, sekat akrilik, botol semprot, pipet mikro 10 mL, pipet mikro 5 mL, spatula, klem, statif, *magnetic stirrer*, termometer, dan *ball pipet*.

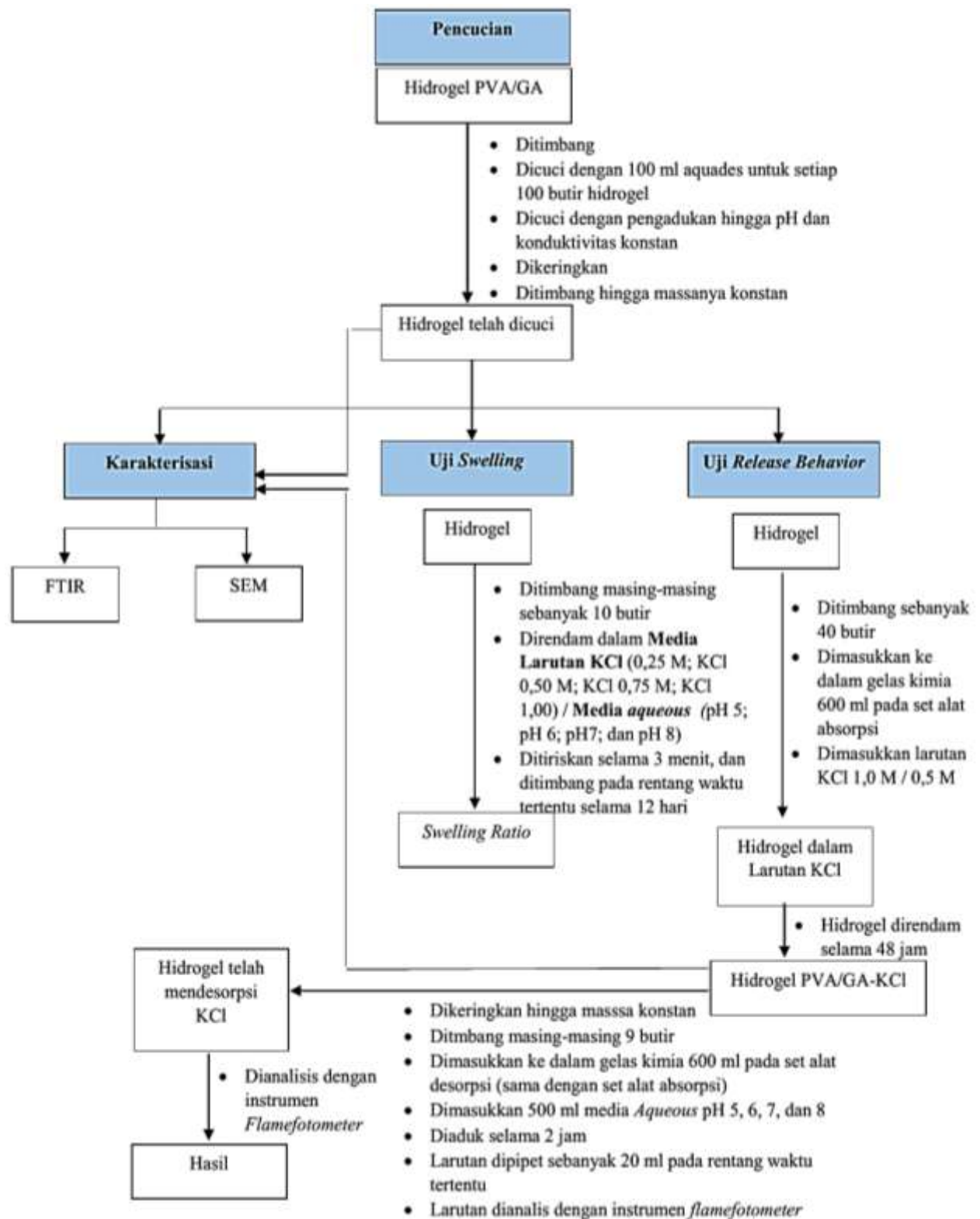
Instrumen yang digunakan adalah *stirrer* dan *hot plate* (IKA C-MA6 HS7), *waterbath* (Eyela Mazela Z), neraca analitik (Metler Toledo ME204), inkubator (Shimadzu, Jepang), pH meter (Metler Toledo), konduktometer (Metler Toledo), *mechanical stirrer*, instrumen *flamefotometer* (Corning 410, Inggris), *Fourier Transform Infrared* (FTIR) (Shimadzu, Jepang), dan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

### 3.3 Metode Penelitian

Penelitian yang dilakukan terdiri atas tahap preparasi, tahap karakterisasi, dan tahap pengujian hidrogel PVA/GA. Tahap preparasi meliputi tahap sintesis, pengeringan, dan pencucian hidrogel PVA/GA. Tahap karakterisasi meliputi analisis FTIR dan SEM. Tahap pengujian terdiri atas uji *release behavior* dan uji *swelling* hidrogel PVA/GA. Bagan alir penelitian ditunjukkan pada gambar berikut.



**Gambar 3. 1** Bagan Alir Sintesis dan Pengeringan Hidrogel PVA/GA



**Gambar 3. 2** Bagan Alir Pencucian, Karakterisasi, dan Pengujian *Release Behavior* dan *Swelling* Hidrogel PVA/GA

### 3.3.1 Preparasi Hidrogel PVA/GA

Preparasi hidrogel PVA/GA terdiri atas beberapa tahap yaitu pembuatan larutan PVA dan *crosslinker*, sintesis, pencetakan, pengeringan, dan pencucian hidrogel PVA/GA.

#### 3.3.1.1 Pembuatan Larutan PVA 10%

PVA p.a dengan massa molekul 60.000 gram/mol ditimbang sebanyak 10 gram. PVA tersebut ditambahkan aquades sebanyak 100 mL dalam gelas kimia, kemudian diaduk dengan *stirer* dan dipanaskan pada suhu 90°C selama 3 jam hingga PVA larut.

#### 3.3.1.2 Pembuatan *Crosslinker*

*Crosslinker* terdiri atas glutaraldehida (GA) yang dicampur dengan asam sulfat, asam asetat, dan metanol.

##### 3.3.1.2.1 Larutan GA 1,25%

Glutaraldehida 25% ( $\rho = 1,055\text{-}1,065\text{ g/mL}$ ) dipipet sebanyak 2,5 mL, kemudian diencerkan dengan aquades hingga volume 50 mL dalam labu ukur. Larutan ditandabatkan kemudian dihomogenkan.

##### 3.3.1.2.2 Larutan Asam Sulfat 10%

Asam Sulfat 97% ( $\rho = 1,474\text{-}1,480\text{ g/mL}$ ) dipipet sebanyak 5,15 mL, kemudian diencerkan dengan aquades hingga volume 50 mL dalam labu ukur. Larutan ditandabatkan kemudian dihomogenkan.

##### 3.3.1.2.3 Larutan Asam Asetat 10%

Asam Asetat ( $\rho = 1,05\text{ kg/L}$ ) dipipet sebanyak 10,2 mL, kemudian diencerkan dengan aquades hingga volume 100 mL dalam labu ukur. Larutan ditandabatkan kemudian dihomogenkan.

##### 3.3.1.2.4 Larutan Metanol 50%

Metanol 96% ( $\rho = 0,792\text{ kg/L}$ ) dipipet sebanyak 52 mL, kemudian diencerkan dengan aquades hingga volume 100 mL dalam labu ukur. Larutan ditandabatkan kemudian dihomogenkan.

Larutan *crosslinker* dibuat dengan mencampurkan GA 1,25%, asam sulfat 10%, asam asetat 10%, dan metanol 50% dengan perbandingan volume 1:1:2:3 dalam gelas kimia, kemudian diaduk dengan *stirer* hingga homogen.

### 3.3.1.3. Sintesis dan Pencetakan Hidrogel PVA/GA

Larutan PVA 10% dan *crosslinker* dicampurkan dengan perbandingan volume 1:1 dalam gelas kimia dengan volume total 120 mL. Campuran tersebut dipanaskan pada suhu 55°C dan diaduk selama 5 menit dengan menggunakan *stirer*. Larutan dipipet dan dimasukkan ke dalam cetakan sebelum menggumpal. Untuk membuat 100 buah hidrogel (satu cetakan) dibutuhkan sekitar 60 mL PVA 10% dan 60 mL larutan *crosslinker*.



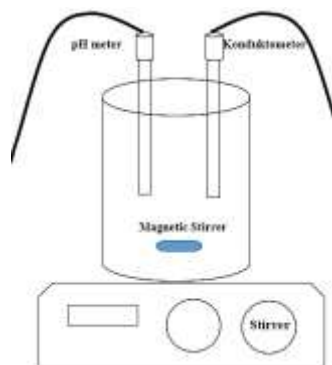
**Gambar 3.1** Cetakan Hidrogel

### 3.3.1.4 Pengeringan Hidrogel PVA/GA

Hidrogel yang telah dicetak dikeringkan dengan cara disimpan di dalam inkubator dengan suhu  $25 \pm 0,1^\circ\text{C}$ . Setelah sehari pengeringan dalam cetakan, hidrogel yang telah menggumpal dan mulai mengeras dikeluarkan dari cetakan dan dipindahkan ke wadah yang lebih lebar untuk kemudian dikeringkan kembali dalam inkubator. Hidrogel ditimbang per hari hingga diperoleh massa konstan.

### 3.3.1.5 Pencucian Hidrogel PVA/GA

Hidrogel yang telah kering ditimbang. Hidrogel dimasukkan ke dalam aquades sebanyak 100 mL (untuk setiap 100 butir hidrogel). Pencucian hidrogel dilakukan dengan pengadukan sambil diukur pH dan konduktivitasnya. pH dan konduktivitas dicatat setiap 30 detik. Setelah pH dan konduktivitas konstan selama 3 menit terakhir, pengadukan dihentikan. Hidrogel diangkat dan ditiriskan, kemudian dicuci kembali dengan aquades yang baru. Langkah pencucian tersebut diulangi hingga diperoleh pH dan konduktivitas yang konstan.



**Gambar 3. 3** Set alat Pencucian Hidrogel PVA/GA

Hidrogel PVA/GA yang telah dicuci kemudian diangkat dan ditiriskan. Hidrogel dikeringkan dan disimpan dalam inkubator. Hidrogel tersebut ditimbang per hari hingga diperoleh massa konstan.

### 3.3.2 Karakterisasi Hidrogel PVA/GA

#### 3.3.2.1 FTIR (*Fourier Transform Infra Red*)

Karakterisasi dengan menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi serta perbandingan sampel hidrogel PVA/GA sebelum dan sesudah absorpsi kalium klorida. Sampel yang dianalisis terdiri atas PVA, hidrogel PVA/GA, hidrogel PVA/GA-KCl(1,0 M), dan hidrogel PVA/GA-KCl(0,5 M).

Sampel hidrogel dihaluskan hingga menjadi serbuk. Kemudian dicampur dengan Kalium Bromida (KBr) dengan perbandingan massa sampel dan KBr adalah 1 gram/1000 gram. Campuran kemudian dipadatkan dan dianalisis.

#### 3.3.2.2 SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Analisis SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan hidrogel PVA/GA serta membandingkan hidrogel sebelum dan setelah absorpsi KCl. Sampel yang dianalisis terdiri atas 3 sampel yaitu hidrogel PVA/GA, hidrogel PVA/GA-KCl(1,0 M), dan hidrogel PVA/GA-KCl(0,5 M). Sampel dipotong dengan ukuran tertentu, kemudian dimasukkan ke dalam wadah sampel dan dianalisis menggunakan SEM dengan berbagai perbesaran. Analisis dilakukan pada dua bagian hidrogel, yaitu permukaan dan *cross-section*.

### 3.3.3 Uji *Release Behavior* Hidrogel PVA/GA

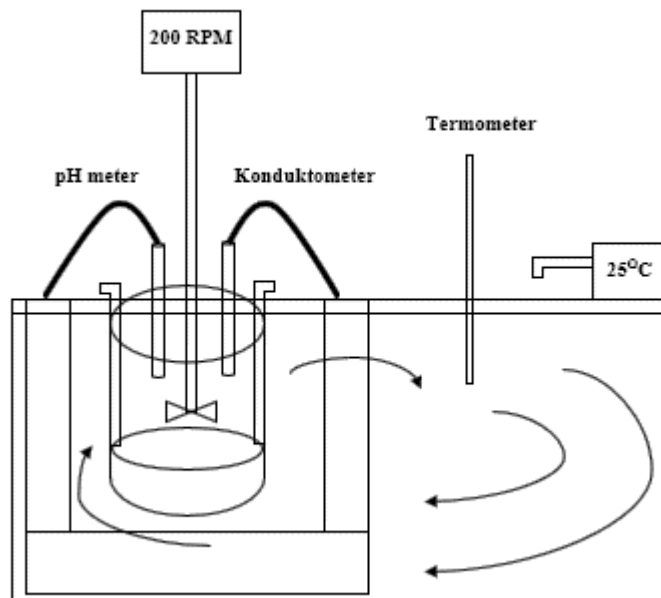
Uji *release behavior* hidrogel PVA/GA meliputi tahap pembuatan larutan kalium klorida, absorpsi, dan desorpsi.

#### 3.3.3.1 Pembuatan Larutan KCl

Untuk membuat larutan KCl, padatan KCl dipanaskan terlebih dahulu selama 15 menit. Padatan KCl kemudian ditimbang sebanyak 37,28 gram untuk larutan KCl 1,0 M dan 18,64 gram untuk larutan KCl 0,5 M. Padatan KCl dilarutkan dengan aquades kemudian diencerkan dalam labu takar hingga 500 mL. Larutan ditandabatkan dan dihomogenkan

#### 3.3.3.2 Absorpsi Kalium Klorida pada Hidrogel PVA/GA

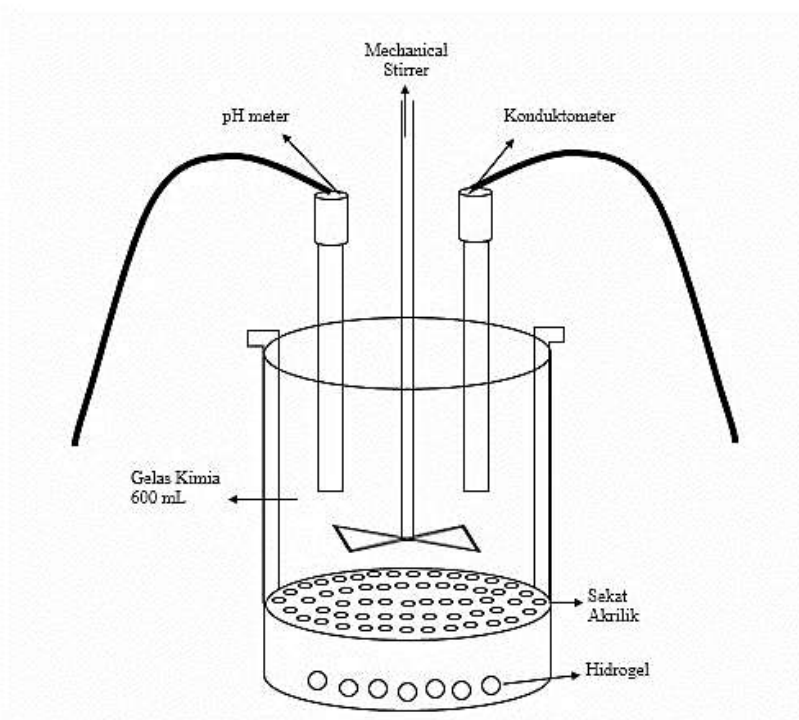
Tahap absorpsi dilakukan dengan cara merendam hidrogel PVA/GA masing-masing larutan KCl perendaman dengan dua variasi konsentrasi, yaitu 1,0 M dan 0,5 M. Sebelum dilakukan absorpsi, dilakukan set alat terlebih dahulu. Absorpsi dilakukan pada suhu tetap yaitu  $\pm 25^{\circ}\text{C}$  sehingga dilakukan dalam *waterbath*. Set alat yang digunakan pada tahap absorpsi adalah sebagai berikut.



**Gambar 3. 4** Set alat Absorpsi dan Desorpsi



Hidrogel PVA/GA kering ditimbang sebanyak 40 butir dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 600 mL yang disekat dengan akrilik yang dilubangi. Diatur pula posisi pH meter dan konduktometer dengan jarak yang sama. Suhu *waterbath* dan larutan KCl harus disamakan dengan mengukur suhunya menggunakan termometer.



**Gambar 3. 5** Desain Gelas dan Set alat Absorpsi dan Desorpsi Hidrogel

Setelah set alat siap, larutan KCl dimasukkan ke dalam gelas, kemudian *mechanical stirrer* dinyalakan dengan kecepatan 200 rpm. Absorpsi dilakukan selama 48 jam. Hidrogel setelah absorpsi dikeringkan di dalam inkubator dan ditimbang per hari hingga diperoleh massa konstan. Hidrogel kering hasil perendaman dalam larutan kalium klorida 0,5 M selanjutnya disebut sebagai hidrogel PVA/GA-KCl(0,5 M), dan hasil perendaman dalam larutan kalium klorida 1,0 M selanjutnya disebut sebagai hidrogel PVA/GA-KCl(1,0 M).

### 3.3.3.3 Desorpsi Ion Kalium dari Hidrogel PVA/GA-KCl

Desorpsi ion kalium dari hidrogel PVA/GA-KCl(0,5 M) dan hidrogel PVA/GA-KCl(1,0 M) masing-masing dilakukan pada media *aqueous* dengan pH

5, pH 6, pH 7 dan pH 8, yang pengaturan pH-nya dilakukan dengan menambahkan larutan HCl dan NaOH ke dalam aquades.

Hidrogel PVA/GA-KCl(0,5 M) kering masing-masing ditimbang sebanyak 9 butir, kemudian dimasukkan ke dalam gelas. Setelah set alat siap, media *aqueous* yang telah diatur pH-nya dimasukan ke dalam gelas kimia pada set alat, kemudian *mechanical stirrer* dinyalakan dengan kecepatan 200 rpm. Desorpsi dilakukan selama 2 jam perendaman. Selama dilakukan desorpsi, media *aqueous* dipipet sebanyak 20 mL pada menit ke- 0, 5, 10, 25, 40, 60, 90, dan 120, kemudian dimasukkan ke dalam botol vial yang tertutup rapat untuk selanjutnya dianalisis dengan instrumen *flamefotometer*. Pengukuran pH dan konduktivitas media *aqueous* juga dilakukan selama desorpsi pada rentang waktu tersebut. Hidrogel setelah desorpsi dimasukan ke dalam botol vial yang tertutup rapat kemudian diukur konsentrasi ion kaliumnya dengan *flamefotometer*. Prosedur yang sama juga dilakukan pada hidrogel PVA/GA-KCl(1,0 M).

### **3.3.3.4 Pengukuran Konsentrasi Ion Kalium dengan *Flamefotometer***

#### **3.3.3.4.1 Deret Standar Kalium**

Larutan standar KCl induk 1000 ppm diencerkan dengan aqua demineralisasi menjadi konsentrasi 0,5, 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm. Larutan kemudian diukur dengan *flamefotometer*. Emisi yang dihasilkan dicatat dan dibuat kurva kalibrasi.

#### **3.3.3.4.2 Pengukuran Ion Kalium pada Tahap Desorpsi**

Larutan sampel langsung diukur dengan *flamefotometer* tanpa dilakukan pengenceran karena emisi masuk dalam rentang larutan standar.

#### **3.3.3.4.3 Destruksi Hidrogel dan Pengukuran Konsentrasi Ion Kalium dalam Hidrogel PVA/GA Setelah Desorpsi**

Sampel hidrogel ditimbang masing-masing sebanyak sekitar 0,25 gram. Sampel kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL, setelah itu ditambahkan asam sulfat pekat 2,5 mL, lalu dipanaskan pada suhu 100-300°C. Larutan kemudian ditambahkan hidrogen peroksida 1,5 mL, selanjutnya dipanaskan kembali hingga tidak ada gelembung gas. Setelah dingin, larutan

ditambah hidrogen peroksida kembali sebanyak 1,0 mL, kemudian dipanaskan kembali hingga tidak ada gas. Larutan didinginkan dan diencerkan hingga 50 mL. Kemudian diukur dengan *flamefotometer*.

### **3.3.4 Uji *Swelling* Hidrogel PVA/GA**

#### **3.3.4.1 Uji *Swelling* Hidrogel PVA/GA dalam Media *Aqueous* Beragam pH**

Uji *Swelling* dilakukan dalam beberapa media *aqueous* dengan pH yang bervariasi. pH yang digunakan yaitu pH 5, pH 6, pH 7, dan pH 8 dengan volume masing-masing 100 mL. Pengaturan pH awal dilakukan dengan penambahan larutan asam klorida dan natrium hidroksida ke dalam aquades. Hidrogel PVA/GA kering masing-masing ditimbang sebanyak 10 butir ( $W_o$ ), kemudian dimasukkan ke dalam media perendaman tersebut. Pengukuran massa hidrogel setelah *swelling* dilakukan dengan cara hidrogel ditiriskan selama 3 menit dan ditimbang pada rentang waktu tertentu sampai diperoleh massa konstan.

*Swelling ratio* dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut.

$$\%SR = \frac{W_s - W_o}{W_o} \times 100\%$$

Dimana  $W_s$  dan  $W_o$  merupakan massa hidrogel setelah *swelling* dan hidrogel kering (gram).

#### **3.3.4.2 Uji *Swelling* Hidrogel PVA/GA dalam Media Larutan KCl**

Uji *Swelling* dilakukan dalam beberapa larutan kalium klorida dengan konsentrasi yang bervariasi sebagai media perendaman. Konsentrasi larutan kalium klorida yang digunakan yaitu KCl 0,25 M, KCl 0,5 M, KCl 0,75 M, dan KCl 1,0 M, dengan volume masing-masing 100 mL. Hidrogel PVA/GA kering masing-masing ditimbang sebanyak 10 butir ( $W_o$ ), kemudian dimasukkan ke dalam larutan kalium klorida tersebut. Pengukuran massa hidrogel setelah *swelling* dilakukan dengan cara hidrogel ditiriskan selama 3 menit dan ditimbang pada rentang waktu tertentu sampai diperoleh massa konstan. Perhitungan

*swelling ratio* hidrogel PVA/GA dilakukan dengan cara yang sama pada point

#### **3.3.4.1**